

**PRODUCTION OF GLASSY SUBSTRATE FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM  
AND MAGNETIC RECORDING MEDIUM****Publication number:** JP2000348344**Publication date:** 2000-12-15**Inventor:** MIYAMOTO TAKEMI**Applicant:** HOYA CORP**Classification:**

- **international:** C03C15/00; C03C3/083; C03C19/00; G11B5/73;  
G11B5/84; C03C15/00; C03C3/076; C03C19/00;  
G11B5/62; G11B5/84; (IPC1-7): G11B5/84; C03C3/083;  
C03C15/00; C03C19/00; G11B5/73

- **European:**

**Application number:** JP20000096349 20000331**Priority number(s):** JP20000096349 20000331; JP19990094378 19990331[Report a data error here](#)**Abstract of JP2000348344**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a production method of a glassy substrate for a magnetic recording medium in which the height of each projection is reduced and the density dispersion and the height dispersion of the projections are reduced. **SOLUTION:** This glassy substrate for a magnetic recording medium is produced by subjecting the glassy substrate to heat treatment after the main surface of the glassy substrate is minutely polished using an abrasive containing free whetstone particles before subjecting it to surface treatment with fluosilicic acid. The surface treatment with the fluosilicic acid is subjected to at least the main surface of the glassy substrate, where residual stress distribution is generated at the positions of the polished tracks formed by the free whetstone particles, so that the parts relatively high in residual strain are made into projections in the generated residual stress distribution to form prescribed unevenness.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-348344

(P2000-348344A)

(43)公開日 平成12年12月15日 (2000.12.15)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ト*(参考)
G 11 B 5/84		G 11 B 5/84	Z
C 03 C 3/083		C 03 C 3/083	
15/00		15/00	E
19/00		19/00	Z
G 11 B 5/73		G 11 B 5/73	

審査請求 有 請求項の数14 OL (全 12 頁)

(21)出願番号	特願2000-96349(P2000-96349)	(71)出願人	000113263 ホーヤ株式会社 東京都新宿区中落合2丁目7番5号
(22)出願日	平成12年3月31日 (2000.3.31)	(72)発明者	宮本 武美 東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内
(31)優先権主張番号	特願平11-94378	(74)代理人	100103676 弁理士 藤村 康夫
(32)優先日	平成11年3月31日 (1999.3.31)		
(33)優先権主張国	日本 (JP)		

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法、及び磁気記録媒体の製造方法

(57)【要約】

【課題】 突起の高さを低減できるとともに、突起の密度、突起高さのばらつきを低減できる磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法等を提供する。

【解決手段】 遊離砥粒を含む研磨剤を用いてガラス基板の主表面を精密研磨することによって、前記ガラス基板表面に前記遊離砥粒による研磨軌跡の箇所に残留応力分布を発生させた後、前記ガラス基板の少なくとも主表面をケイフッ酸で表面処理することによって、前記発生した残留応力分布のうち相対的に残留歪みが高い部分を凸部にすることによって、所定の凹凸を形成する磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法において、前記精密研磨した後、ケイフッ酸で表面処理する前に前記ガラス基板を加熱処理することを特徴とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】遊離砥粒を含む研磨剤を用いてガラス基板の主表面を精密研磨することによって、前記ガラス基板表面に前記遊離砥粒による研磨軌跡の箇所に残留応力分布を発生させた後、前記ガラス基板の少なくとも主表面をケイフッ酸で表面処理することによって、前記発生した残留応力分布のうち相対的に残留歪みが高い部分を凸部にすることによって、所定の凹凸を形成する磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法において、

前記精密研磨した後、ケイフッ酸で表面処理することを特徴とする磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項2】遊離砥粒を含む研磨剤を用いてガラス基板の主表面を精密研磨することによって、前記ガラス基板表面に前記遊離砥粒による研磨軌跡の箇所に残留応力分布を発生させた後、前記ガラス基板の少なくとも主表面を化学的表面処理することによって、前記発生した残留応力分布のうち相対的に残留歪みが高い部分を凸部にすることによって、所定の凹凸を形成する磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法において、

前記精密研磨した後、化学的表面処理前に前記ガラス基板を加熱された溶媒中に浸漬することによって加熱処理することを特徴とする磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項3】前記化学的表面処理は、フッ酸を含む水溶液、ケイフッ酸を含む水溶液、アルカリ性水溶液によるエッチング処理であることを特徴とする請求項2記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項4】前記加熱処理工程における加熱温度が、30°C～180°Cであることを特徴とする請求項1乃至3の何れかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項5】前記加熱処理は、温水、加熱された硫酸、加熱されたグリセリン、及び加熱されたリン酸の中から選択されたものであることを特徴とする請求項1乃至4の何れかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項6】前記ガラス基板を構成するガラスは、少なくともアルカリ金属酸化物とアルカリ土類金属酸化物を含有し、かつ、アルカリ土類金属酸化物の含有量が3mol%未満であることを特徴とする請求項1乃至5の何れかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項7】前記ガラス基板を構成するガラスは、SiO<sub>2</sub>を58～75重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を5～23重量%、Li<sub>2</sub>Oを3～10重量%、Na<sub>2</sub>Oを4～13重量%、主成分として含有するガラスであることを特徴とする請求項1乃至6の何れかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項8】前記ガラス基板を構成するガラスは、SiO<sub>2</sub>を62～75重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を5～15重量

%、Li<sub>2</sub>Oを4～10重量%、Na<sub>2</sub>Oを4～12重量%、ZrO<sub>2</sub>を5.5～15重量%、主成分として含有するとともに、Na<sub>2</sub>O/ZrO<sub>2</sub>の重量比が0.5～2.0、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub>の重量比が0.4～2.5であるガラスであることを特徴とする請求項7記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項9】前記ケイフッ酸による表面処理の後に、化学強化処理することを特徴とする請求項1乃至8の何れかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法。

【請求項10】請求項1乃至9のいずれかに記載の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法で製造された磁気記録媒体ガラス基板の主表面上に、少なくとも磁性層を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項11】ガラス基板の主表面の表面粗さが、R<sub>max</sub>=3～15nm、Ra=0.2～2.5nm、R<sub>max</sub>/Ra=3～15であることを特徴とするロード・アンロード方式用磁気記録媒体用ガラス基板。

【請求項12】ガラス基板の主表面の表面粗さが、Rp=1～7nm、Ra=0.2～2.5nm、Rp/Ra=1～15であることを特徴とするロード・アンロード方式用磁気記録媒体用ガラス基板。

【請求項13】ガラス基板上に少なくとも磁性層を形成してなる磁気記録媒体において、前記ガラス基板の主表面の表面粗さが、R<sub>max</sub>=3～15nm、Ra=0.2～2.5nm、R<sub>max</sub>/Ra=3～15であることを特徴とするロード・アンロード方式用磁気記録媒体。

【請求項14】ガラス基板上に少なくとも磁性層を形成してなる磁気記録媒体において、前記ガラス基板の主表面の表面粗さが、Rp=1～7nm、Ra=0.2～2.5nm、Rp/Ra=1～15であることを特徴とするロード・アンロード方式用磁気記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ハードディスク等の磁気記録媒体を構成する磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法、及びこの磁気記録媒体用ガラス基板を用いた磁気記録媒体の製造方法等に関する。

## 【0002】

【従来の技術】磁気記録・再生の技術分野においては、磁気ヘッドと磁気ディスクとのインターフェースが記録容量を向上させるキーテクノロジーの一つとなっている。記録密度を向上させるためには、磁気ディスク表面を浮上する磁気ヘッドの浮上高さ（フライングハイ）を極力低くする必要があるが、CSS（コンタクト・スタート・ストップ）方式の記録再生を行う場合、磁気ヘッドの低浮上化が進むにつれ、磁気ヘッドが磁気ディスクに吸着（スティクション）する恐れが高くなる。

【0003】このような磁気ヘッドの吸着を防止するた

めに、従来から、種々のテクスチャー技術が提案されている。その代表的なものとしては、Al/NiPめっき基板の表面を機械研磨することによって凹凸状に形成する方法（特開昭62-273619号公報）がある。また、アルミニウム基板より、平坦性が優れているガラス基板の場合は、ガラス基板上にスパッタリングで表面が凹凸状の薄膜を形成する方法（特公平4-62413号公報）や化学エッチングで凹凸を形成する方法（特公平7-101507号公報、特開平7-153059号公報）などが提案されている。特に、特開平7-153059号公報は、ガラス基板に保湿保温処理を施した後に、エッティング液を用いてエッティング処理することを特徴とするもので、今まで化学エッティング法によるテクスチャー技術で問題であった、突起形成の再現性や、突起高さの均一性を向上するするものである。

#### 【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところで、最近では、記録容量の向上を目指して、グライド高さが1.2μインチ以下の段階にまで達してきている。しかるに、従来から提案されている上述のテクスチャーの形成方法は、グライド高さが8μインチ程度の状況下のテクスチャー技術であった。それゆえ、今日のような低浮上高さで記録再生する磁気ディスクに適用しても、充分な電磁変換特性と、磁気ヘッドの吸着防止効果を同時に満足し、CSS耐久性に優れた磁気ディスクを得ることは困難であった。

【0005】なお、従来のグライド高さは8μインチ程度であったので、磁気ディスク（基板）の表面状態の評価は、半径数μm（例えば2.5μm）の触針を表面で走査させて表面粗さを測定するタリステップによる評価で十分であったが、現在要求されているような1.2μインチ（1インチ=25.4mm）以下といった浮上高さになると、もはや、タリステップによる評価では、磁気ヘッドの吸着防止を実現可能なガラス基板表面の状態であるか否かを判断すること自体が困難な状況にある。

【0006】一方、CSS方式ではなく、ロード・アンロード方式（ランプロード方式）の磁気ディスク装置が近年注目されている。ロード・アンロード方式は、CSS方式とは異なり、磁気ディスクを回転駆動した後、アームを介して磁気ディスクのデータエリア上に磁気ヘッドを走行させるので、磁気ヘッドの停止時における吸着防止用のテクスチャーを設ける必要がなく、ディスク表面の表面粗さも小さくて済み、磁気ディスクに対する磁気ヘッドの浮上高さが小さくなり高密度記録再生が可能となる。このように、ロード・アンロード方式（ランプロード方式）の場合にあっては、CSS方式に比べ平坦（フラット）な媒体であって、突起の高さが低く、突起高さのばらつきが少ない（R<sub>max</sub>/R<sub>a</sub>の値、R<sub>p</sub>/R<sub>a</sub>の値が小さい）ことが要求される。具体的には、R<sub>max</sub>=3~15nm（好ましくは3~10nm）、R

<sub>a</sub>=0.2~2.5nm、R<sub>max</sub>/R<sub>a</sub>=3~15、又はR<sub>p</sub>=1~7nm、R<sub>a</sub>=0.2~2.5nm、R<sub>p</sub>/R<sub>a</sub>=1~15であることが要求される。なお、ロード・アンロード方式の場合においても、完全にフラットでなく、上記範囲内の突起があった方がよい。特に、R<sub>a</sub>は0.6~1.3nm程度を維持した方が好ましい。なお、CSS方式に要求される表面粗さは、R<sub>max</sub>=6~18nm、R<sub>a</sub>=0.7~1.5nm、R<sub>max</sub>/R<sub>a</sub>=10~20（R<sub>p</sub>で管理した場合、R<sub>p</sub>=3~15nm、R<sub>a</sub>=0.7~1.5nm、R<sub>p</sub>/R<sub>a</sub>=3~15）である。

【0007】本発明は上述の背景のもとでなされたものであり、1.2μインチ以下のグライド高さを実現でき、高い電磁変換特性を実現できる磁気記録媒体、この磁気記録媒体を構成する磁気記録媒体用ガラス基板及びこれらの製造方法を提供することを目的とする。また、突起の高さと、突起の密度、突起高さのばらつき、突起のばらつきを制御して、ロード・アンロード方式に適した磁気記録媒体、あるいは、CSS方式に適した高いCSS耐久特性を有する磁気記録媒体を提供することを目的とする。

#### 【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、ガラス基板表面の適切な表面状態を評価するために、原子間力顕微鏡（AFM）によって、ガラス基板の表面状態を特定することに着目した。これは、従来の触針式の測定方法では分解能が低く、ガラス基板の表面状態が適しているのか否かを識別できないためである。そして、この評価方法に基づき、上記の目的を達成するためには、ガラス基板の主表面に形成される微細な凹凸における凸部の高さ、分布（高さのばらつき）が重要な因子であることを解明した。また、種々の実験を重ねた結果、研磨条件、表面処理条件を特定の組み合わせにしないと、目標とするガラス基板表面にならないことを見出だした。具体的には、遊離砥粒を含む研磨剤によって研磨した後にケイフッ酸で表面処理すると、遊離砥粒が通った軌跡が凸部として形成される傾向のあることを発見した。そのメカニズムは明らかでないが、遊離砥粒によって研磨工程の荷重がガラス基板表面に加わることにより、組織学的に見ればガラスのSi-Oのネットワークに構造的な変化が起こり、その構造的な変化によって残留応力分布にむらが発生し、残留歪みが比較的高い箇所（遊離砥粒が通った軌跡部分）において、ケイフッ酸によるエッティング速度が遅くなるためであると考えられる。本願出願人はこの様な解明結果に基づき既に出願を行っている（特願平10-233261号公報）。

【0009】本発明は、上記解明結果に加え、さらに、ケイフッ酸で表面処理する前にガラス基材を加熱処理することによって、突起の高さを低減できるとともに、突起の密度を低減できることを見出だし、本発明を完成す

るに至った。

【0010】すなわち、本発明の第1の発明は、遊離砥粒を含む研磨剤を用いてガラス基板の主表面を精密研磨することによって、前記ガラス基板表面に前記遊離砥粒による研磨軌跡の箇所に残留応力分布を発生させた後、前記ガラス基板の少なくとも主表面をケイフッ酸で表面処理することによって、前記発生した残留応力分布のうち相対的に残留歪みが高い部分を凸部にすることによって、所定の凹凸を形成する磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法において、前記精密研磨した後、ケイフッ酸で表面処理する前に前記ガラス基板を加熱処理することを特徴とする磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0011】第2の発明は、遊離砥粒を含む研磨剤を用いてガラス基板の主表面を精密研磨することによって、前記ガラス基板表面に前記遊離砥粒による研磨軌跡の箇所に残留応力分布を発生させた後、前記ガラス基板の少なくとも主表面を化学的表面処理することによって、前記発生した残留応力分布のうち相対的に残留歪みが高い部分を凸部にすることによって、所定の凹凸を形成する磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法において、前記精密研磨した後、化学的表面処理前に前記ガラス基板を加熱された溶媒中に浸漬することによって加熱処理することを特徴とする磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0012】第3の発明は、前記化学的表面処理は、フッ酸を含む水溶液、ケイフッ酸を含む水溶液、アルカリ性水溶液によるエッチング処理であることを特徴とする第2の発明にかかる磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0013】第4の発明は、前記加熱処理工程における加熱温度が、30°C～180°Cであることを特徴とする第1の発明から第3の発明にかかる磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0014】第5の発明は、前記加熱処理は、温水、加熱された硫酸又は、加熱されたグリセリン、加熱されたリン酸の中から選択されたものであることを特徴とする第1の発明から第4の発明にかかる磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0015】第6の発明は、前記ガラス基板を構成するガラスは、少なくともアルカリ金属酸化物とアルカリ土類金属酸化物を含有し、かつ、アルカリ土類金属酸化物の含有量が3mol%未満であることを特徴とする第1の発明から第5の発明にかかる磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0016】第7の発明は、前記ガラス基材を構成するガラスは、SiO<sub>2</sub>を58～75重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を5～23重量%、Li<sub>2</sub>Oを3～10重量%、Na<sub>2</sub>Oを4～13重量%、主成分として含有するガラスであることを特徴とする第1の発明から第6の発明にかかる磁

気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0017】第8の発明は、前記ガラス基材を構成するガラスは、SiO<sub>2</sub>を62～75重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を5～15重量%、Li<sub>2</sub>Oを4～10重量%、Na<sub>2</sub>Oを4～12重量%、ZrO<sub>2</sub>を5.5～15重量%、主成分として含有するとともに、Na<sub>2</sub>O/ZrO<sub>2</sub>の重量比が0.5～2.0、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub>の重量比が0.4～2.5であるガラスであることを特徴とする第7の発明にかかる磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0018】第9の発明は、前記ケイフッ酸による表面処理の後に、化学強化処理することを特徴とする第1の発明から第8の発明にかかる磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法である。

【0019】第10の発明は、第1の発明から第9の発明にかかる磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法で製造された磁気記録媒体ガラス基板の主表面上に、少なくとも磁性層を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法である。

【0020】第11の発明は、ガラス基板の主表面の表面粗さが、R<sub>max</sub>=3～15nm、Ra=0.2～2.5nm、R<sub>max</sub>/Ra=3～15であることを特徴とするロード・アンロード方式用磁気記録媒体用ガラス基板である。

【0021】第12の発明は、ガラス基板の主表面の表面粗さが、Rp=1～7nm、Ra=0.2～2.5nm、Rp/Ra=1～15であることを特徴とするロード・アンロード方式用ガラス基板である。

【0022】第13の発明は、ガラス基板上に少なくとも磁性層を形成してなる磁気記録媒体において、前記ガラス基板の主表面の表面粗さが、R<sub>max</sub>=3～15nm、Ra=0.2～2.5nm、R<sub>max</sub>/Ra=3～15であることを特徴とするロード・アンロード方式用磁気記録媒体である。

【0023】第14の発明は、ガラス基板上に少なくとも磁性層を形成してなる磁気記録媒体において、前記ガラス基板の主表面の表面粗さが、Rp=1～7nm、Ra=0.2～2.5nm、Rp/Ra=1～15であることを特徴とするロード・アンロード方式用磁気記録媒体である。

【0024】上述の第1の発明によれば、遊離砥粒による研磨工程の後、ケイフッ酸で表面処理する前に加熱処理することにより、遊離砥粒による研磨によってガラス基板表面に発生した残留歪みが緩和されるので、加熱処理を行わない場合に比べ、突起の高さを低減できるとともに、突起の密度、突起高さのばらつき、突起のばらつきを低減できる。したがって、この突起高さ・突起密度、突起高さのばらつき等を制御することによって、突起高さ・突起密度、突起高さのばらつき等が所定の範囲

内にあるロード・アンロード方式に適した磁気記録媒体、あるいは、CSS方式に適した高いCSS耐久特性を満足する磁気記録媒体、及びそれらに用いる磁気ディスク用ガラス基板を安定して製造することができる。

【0025】詳しくは、前述したように、本発明者らは、遊離砥粒を含む研磨剤によって研磨した後にケイフッ酸で表面処理すると、遊離砥粒が通った軌跡が凸部として形成される傾向のあることを発見した。そのメカニズムは明らかでないが、遊離砥粒によって研磨工程の荷重がガラス基板表面に加わることにより、組織学的に見ればガラスのSi-Oのネットワークに構造的な変化が起こり、その構造的な変化によって残留応力分布にむら（遊離砥粒が通った軌跡の部分の残留歪みが軌跡の周辺部分の残留歪みに比べ高くなる）が発生し、残留歪みが比較的高い箇所（遊離砥粒が通った軌跡の部分）において、ケイフッ酸によるエッチング速度が遅くなるためであると考えられる。そして、このケイフッ酸処理する前に加熱処理することにより、残留歪みが緩和され、残留歪みに起因したエッチング速度の差が小さくなるので、加熱処理しない場合（図2参照）と比べ、磁気ヘッドの浮上走行に影響のある突起の密度、突起高さのばらつき等が低減するとともに、突起高さが小さい微細な突起が形成される（図1参照）。なお、ケイフッ酸の処理条件（濃度、温度、浸漬時間）を変化させた場合、突起の高さはある程度制御できるが、突起の密度は制御できない。したがって、この方法よりも、本発明のようにケイフッ酸処理前に加熱処理した方が、磁気ヘッドの低浮上走行化のための突起高さ・密度を安定して確実に制御できる点で好ましい。すなわち、ガラス基板表面に形成された遊離砥粒による残留歪みが、ケイフッ酸処理前の加熱処理によって緩和されるので、研磨工程による残留歪みが比較的小さい領域では、突起が形成されず、また、残留歪みが比較的大きい領域では、残留歪みが小さくなつて形成される突起の高さが小さくなる。加熱処理条件を制御することによって、突起の密度を変化させることができる。

【0026】第1の発明における加熱処理の方法は特に制限されない。加熱処理の方法としては、加熱された溶媒中にガラス基材を浸漬する方法、オーブンなどで加熱された雰囲気中（大気、真空）にガラス基材を曝す方法、光（例えば、ガラス基材に対し吸収する波長（赤外線、紫外線等））をガラス基材に照射する方法など挙げられる。中でも、加熱処理と同時にガラス基板に対するパーティクルが除去できる、加熱された溶媒中にガラス基材を浸漬する方法が、品質安定性の点でよい。なぜなら、ケイフッ酸処理する際に、ガラス基材表面にパーティクルが存在した場合、そのパーティクルの部分だけがエッチングされないで残ってしまうことで、突起を形成してしまい、全体として表面粗さが低減しない結果となるからである。また、研磨剤よりも突起を形成する原因

となるので、研磨剤よりも同時に除去できる溶媒を用いることが好ましい。このような溶媒としては、例えば、硫酸、リン酸、有機酸（蟻酸、酢酸、プロピオン酸、アクリル酸、蔥酸（シュウ酸）、グリコール酸、グリセリン酸、乳酸、グルコン酸、コハク酸、マロン酸、グルタル酸、アジピン酸、クロトン酸や、これらの誘導体等）などが挙げられる。

【0027】本発明において、ガラス基板を表面処理する際に使用するケイフッ酸は、従来エッティング液として使用していたフッ酸や、フッ化カリウムを含むフッ酸水溶液に比べ、エッティング力が弱い（エッティング速度が遅い）ので、高精度の表面粗さの制御が可能となる。ケイフッ酸としては、代表的なものとしてはケイフッ化水素酸（H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>）などが使用される。ケイフッ酸処理液には、エッティング（洗浄）効果等を高めるために微量であれば、他の酸（フッ酸、硫酸、塩酸、硝酸など）、市販の洗浄剤（中性洗剤、界面活性剤、アルカリ性洗浄剤など）等を添加してもよい。なお、ケイフッ酸の処理条件は、主にケイフッ酸濃度、ケイフッ酸への浸漬時間、ケイフッ酸の温度によって決定される。なお、ケイフッ酸は、水にケイフッ化水素酸を溶かしたもので、ケイフッ酸濃度は、水にケイフッ化水素酸を溶かした場合の濃度をさす。ケイフッ酸濃度と温度は、エッティング速度に関係し（具体的な範囲については後述する）、ケイフッ酸への浸漬時間は、得られる表面粗さと工程のタクト時間に関係がある。上記ケイフッ酸の処理条件は、形成する表面凹凸の粗さによって適宜調整されるが、ケイフッ酸への浸漬時間は、5.0～6.00 sec、ケイフッ酸の温度は、15°C～60°Cであることが表面粗さの制御性から好ましい。また、ケイフッ酸の濃度は、0.15～3.0重量%であることが好ましい。ケイフッ酸の濃度が0.15重量%未満の場合、ガラス基板に対するエッティング効果や洗浄効果が低下し、所望な表面粗さを形成することができなくなり、3.0重量%を超えると、エッティング速度が早くなるので、高精度の表面粗さを制御することが困難となり、品質が安定した磁気記録媒体用ガラス基板が得られないので好ましくない。

【0028】また、本発明者らは、高精度の表面粗さの制御を必要とする本発明の磁気ディスク用ガラス基板を安定して製造するためには、ケイフッ酸による表面処理する前のガラス基板の表面粗さが、最終的に得られる基板表面の凸部の高さ分布（ばらつき）に多大な影響を及ぼすことを解明した。鋭意究明した結果、表面処理する前のガラス基板の表面（ガラス基板の精密研磨工程後の表面）は、鏡面状態にあることが好ましく、具体的には、Ra = 0.1～1.0 nmにしなければならないことがわかった。望ましくは、Ra = 0.1～1.0 nm、Rmax = 1～20 nmにすれば良いことがわかった。

【0029】また、第2の発明によれば、遊離砥粒によ

る研磨工程の後、化学的表面処理する前に加熱された溶媒中に浸漬させることにより、前記第1の発明と同様の理由により、1.2μm以下のグライド高さを実現でき、高い電磁変換特性等を実現できる磁気記録媒体及び磁気記録媒体用ガラス基板を安定して製造することができる。ここで、化学的表面処理で使用するエッティング剤には特に制限されない。例えば、フッ酸、ケイフッ酸、フッ酸-弗化物混合水溶液、フッ酸-無機酸混合水溶液、フッ酸-有機酸混合水溶液等のエッティング液を利用(浸漬、吹き掛け等)する方法、フッ酸の蒸気をガラス基材の表面に接触させてエッティング処理する方法などが挙げられる。

【0030】前述したように、前記化学的表面処理又はケイフッ酸による表面処理は、前記ガラス基材の研磨工程における遊離砥粒の軌跡の箇所に発生した残留応力分布のうち相対的に残留歪みが高い部分を凸部になるように処理するものである。本発明では、この現象を積極的に利用したものであり、これによってはじめて所定の表面粗さ状態を得ることを可能にしたものであり、さらに加熱処理を行うことによって所望の表面粗さ状態を得ることを可能にしたものである。このメカニズムについては前述したが、この現象が他のメカニズムによって生じる場合であっても本発明範囲であることはいうまでもない。

【0031】第3の発明のように、第2発明の場合、加熱処理と同時にガラス基板に対するパーティクルが除去できる、フッ酸を含む水溶液、ケイフッ酸を含む水溶液、アルカリ性水溶液の加熱された溶媒中にガラス基材を浸漬する方法が、品質安定性の点でよい。上述した品質安定性の理由と同じである。

【0032】なお、本発明で使用する遊離砥粒としては、酸化セリウム( CeO<sub>2</sub> )、アルミナ( Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> )、コロイダルシリカ( SiO<sub>2</sub> )、べんがら( Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> )、酸化クロム( Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> )、酸化ジルコニア( ZrO<sub>2</sub> )、酸化チタン( TiO<sub>2</sub> )などが挙げられる。

【0033】遊離砥粒の粒径は、望む表面粗さによって適宜調整することができるが、遊離砥粒の平均粒径は、0.02~3.0μmであることが好ましい。このような粒径範囲にすることによって、好ましい凸部の密度と、磁気記録媒体と接触する凸部の先端形状が得られるので、更に高いCSS耐久特性が得られる磁気記録媒体用ガラス基板を提供することができる。遊離砥粒の粒径が0.02μm未満の場合、研磨剤の凝集が起こりやすく、また洗浄工程後の残留が多くなるので好ましくなく、3.0μmを超えた場合、エッティング後の粗さが大きくなりすぎるために好ましくない。

【0034】第4の発明のように、上述の発明における加熱処理工程の加熱温度は、30°C~180°Cであることが好ましい。30°C未満の場合、加熱処理時間が長く

なり、生産タクトが延びるので好ましくなく、180°Cを超える場合、長時間の加熱処理に耐える溶媒がないとともに、処理を行うためには大掛かりな設備が必要となるので好ましくない。さらに好ましい加熱温度の範囲は、60~120°Cであることが望ましい。また、加熱処理時間は、例えば、溶媒の場合、使用する溶媒の種類によって適宜調整される。具体的には、30~600secの間で行う。また、第5の発明のように、上述の加熱処理は、温水、加熱された硫酸、または加熱されたグリセリン、加熱されたリン酸の中から選択されたものであることが好ましい。中でも、加熱された硫酸で処理することが、表面粗さのばらつきが少なくなるので好ましい。加熱された硫酸で処理する際に、ガラス基板に付着している異物が同時に除去できるからである。加熱された硫酸によって処理する場合の条件は、濃度：5wt%~99wt%、加熱温度：30~180°C、処理時間：30~600secである。なお、使用する硫酸の濃度は高い方が好ましく、75体積%以上、さらに望ましくは95体積%以上の濃硫酸が良い。また、加熱されたリン酸によてもガラス基板に付着している異物を除去することができる。加熱されたリン酸によって処理する場合の条件は、加熱温度：30~90°C、処理時間：60~600secである。濃度は、0.1%~50%である。なお、リン酸以外の有機酸でも構わない。また、硫酸と比べてリン酸は、作業安全性の点で良い。また、リン酸と比べ硫酸は、表面粗さの低減効果の点で優れている。

【0035】さらに、本発明の製造方法に使用するガラス基板としては、第6の発明のように、少なくともアルカリ金属酸化物を含有し、かつ、アルカリ土類金属酸化物の含有量が3mol%未満である材料からなることが好ましい。この理由は、ガラス基板表面の遊離砥粒による研磨工程では、水に含まれるH<sup>+</sup>と、ガラスに含まれるアルカリイオン(Na<sup>+</sup>、Li<sup>+</sup>)の交換反応が起きていると考えられるが、その交換反応によってガラスのネットワークを形成しているSiやAlにOHがついたようなエッティングされやすい水和層が形成される。その水和層に、遊離砥粒によって加わる応力の違いによって応力分布(応力の大きい部分はエッティング速度が小さくなり、応力の小さい部分はエッティング速度が大きい)が形成され、エッティング速度の違いによって凹凸が形成されると考えられる。このようなメカニズムから、ガラス基板としては、水和層を形成するために、少なくともアルカリ金属酸化物が必要であって、この水和層を形成するためのアルカリイオンの交換反応を阻害してしまうアルカリ土類金属酸化物の含有量を3mol%未満(2.4重量%未満)とすることが必要となる(特願平11-233209号)。

【0036】上記第6の発明にかかるガラス基板としては、例えば、第7の発明のように、SiO<sub>2</sub>:58~7

5重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:5~23重量%、Li<sub>2</sub>O:3~10重量%、Na<sub>2</sub>O:4~13重量%を主成分として含む材料からなることが好ましい。

【0037】また、前述したようなメカニズムによって凸部を形成するには、CaOやMgOといったアルカリ土類金属(酸化物)を含まないガラスであることが望ましい。特に、第8の発明のように、前記ガラス基板の組成を、SiO<sub>2</sub>:6.2~7.5重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:5~15重量%、Li<sub>2</sub>O:4~10重量%、Na<sub>2</sub>O:4~12重量%、ZrO<sub>2</sub>:5.5~15重量%を主成分として含有するとともに、Na<sub>2</sub>O/ZrO<sub>2</sub>の重量比が0.5~2.0、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub>の重量比が0.4~2.5であるアルミノシリケートガラスであることが好ましい。このようなアルミノシリケートガラスは、化学強化することによって、抗折強度が増加し、圧縮応力層の深さも深く、ヌープ硬度にも優れるとともに、ケイフッ酸による表面処理におけるエッチングの制御性においても大変優れているので好ましい。なお、上述のアルミノシリケートガラスの代表的なものとしては、HOYA(株)社製:N5などが挙げられる。

【0038】また、前記ケイフッ酸による表面処理を少なくとも2段階に分けて行うことや、それぞれの段階で異なるケイフッ酸濃度を使用することにより、基板表面の微細な表面粗さを制御することもできる。

【0039】前記ケイフッ酸による表面処理又は、化学的表面処理の後に、化学強化処理することが好ましい(第9の発明)。ここで、化学強化方法としては、従来より公知の化学強化法であれば特に制限されないが、例えば、ガラス転移点の観点から転移点温度を超えない領域でイオン交換を行う低温型イオン交換法などが好ましい。化学強化に用いるアルカリ溶融塩としては、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、或いはそれらを混合した硝酸塩などが挙げられる。

【0040】ガラス基板表面を化学強化処理した直後に、上述のケイフッ酸による表面処理を行った場合、化学強化処理することによって、ガラス基板表面に遊離砥粒によって形成された残留歪みが化学強化の応力に埋もれてしまうので、表面粗さを制御できなくなるので好ましくない。但し、化学強化処理→遊離砥粒による研磨処理→ケイフッ酸による表面処理のように化学強化後に研磨を行う場合にあっては、化学強化処理工程とケイフッ酸による表面処理工程との間(ケイフッ酸による表面処理の前)に上述の遊離砥粒による研磨処理工程を入れることによって、上述と同様の効果が得られる。

【0041】第10の発明によれば、上述の磁気ディスク等の磁気記録媒体用ガラス基板の製造方法で製造されたガラス基板の主表面上に、少なくとも磁性層を形成することで、高い電磁変換特性、高いCSS耐久特性を満足する磁気ディスク等の磁気記録媒体が得られる。

【0042】第11~第14の発明における、R<sub>max</sub>

x、Ra、Rp、Rqは原子間力顕微鏡(AFM)によって測定されたものであって、JIS規格(JIS B0601)で定められたものである。R<sub>max</sub>は、最大高さ(最も高い山頂から最も深い谷底までの高さ方向の距離)、Raは、中心線平均粗さ(中心線から測定曲線までの偏差の絶対値の平均)、Rpは、山の最大高さ(平均線から最も高い山頂までの距離)、Rqは、自乗平均平方根粗さ(中心線から測定曲線までの偏差の自乗を平均した値の平方根)をいう。なお、これらの粗さは、適宜測定領域を設定して求められる。なお、以下に示す実施例の粗さデータは、5μm□の領域のデータである。第11~第14の発明において、R<sub>max</sub>、Rpの上限値を超えると、ヘッドの浮上高さが大きくなり高密度記録再生の点で好ましくなく、また、R<sub>max</sub>/Ra、Rp/Raの上限値を超えると、ヘッドクラッシュやサーマル・アスペリティーが発生しやすくなるので好ましくない。R<sub>max</sub>、Rp、R<sub>max</sub>/Ra、Rp/Raの下限値より下回ると、ヘッドのスティクションの問題や、製造上困難となるので好ましくない。

【0043】

【発明の実施の形態】(実施例1)図3は本発明の実施例1に係る磁気ディスクの構成を示す模式的断面図である。図3に示すように、本実施例の磁気ディスクは、ガラス基板1の上に、順次、シード層2、下地層3、磁性層4、保護層5及び潤滑層6を形成したものである。

【0044】ガラス基板1は、SiO<sub>2</sub>:63.5重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:14.2重量%、Na<sub>2</sub>O:10.4重量%、Li<sub>2</sub>O:5.4重量%、ZrO<sub>2</sub>:6.0重量%、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.4重量%、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:0.1重量%の組成を有するアルミノシリケートガラスで、外径6.5mmφ、中心部の穴径2.0mmφ、厚さ0.635mmのディスク状に加工したものである。その両主表面、端面及び面取り部は精密研磨されたのち、加熱された溶媒(具体的には、硫酸)中に浸漬することによって加熱処理され、ケイフッ酸による表面処理することで、両主表面の表面粗さはRa=0.44nm、R<sub>max</sub>=4.43nm、Rp=2.75nm、R<sub>max</sub>/Ra=10.1、Rp/Ra=6.25、Rq=0.55nmであった。

【0045】シード層2は、膜厚40nmであるNiA1(Ni:50at%、Al:50at%)膜である。このシード層2は、結晶粒径が小さく、且つ均一性に優れているので、その上に形成される下地層3、磁性層4の結晶粒径が微細になりノイズの低減の役割を果たす。シード層としては、上述したNiA1の他に、NiA1に他の元素を添加したNiA1Ru、NiA1Nd、NiA1W、NiA1Ta、NiA1Hf、NiA1Mo、NiA1Cr、NiA1Zr、NiA1Nbや、CrTi、FeAl、FeCoなどが挙げられる。

【0046】下地層3は、膜厚25nmのCrMo(C

r : 9.4 at%、Mo : 6 at%) 膜である。この下地層3は、その上に形成される磁性層4の結晶格子間隔の差をなるべく小さくすることが好ましく、保磁力向上の役割を果たす。下地層としては、上述したCrMoの他に、Cr、CrV等が挙げられる。好ましくは、シード層2の格子間隔とマッチングするようにした方が、結晶成長が良好になり電磁変換特性も良好になるので好ましい。また、下地層は単層とは限らず、同一又は異種の層を積層した複数構造とすることもできる。例えば、Cr/CrMo、Cr/CrV、CrV/CrV等の多層下地層などが挙げられる。

【0047】磁性層4は、膜厚27 nmのCoPtCrTa (Co : 7.5 at%、Cr : 17 at%、Pt : 5 at%、Ta : 3 at%) 膜である。なお、本発明の磁気ディスクにおける磁性層の材料には特に制限されない。磁性層としては、具体的には、Coを主成分とするCoPt、CoCr、CoNiCr、CoCrTa、CoPtCr、CoNiPtやCoNiCrPt、CoNiCrTa、CoCrPtB、CoCrTaPtNbなどの磁性薄膜が挙げられる。

【0048】また、磁性層は、磁性膜を非磁性膜(例えば、Cr、CrMo、CrVなど)で分割してノイズの低減を図った多層構成(例えば、CoCrPtTa/CrMo/CoCrPtTaなど)としても良い。また、磁性層としては、上述したCo系の他、フェライト系、鉄—希土類系や、SiO<sub>2</sub>、BNなどからなる非磁性膜中にFe、Co、FeCo、CoNiPt等の磁性粒子が分散された構造のグラニュラーなどであっても良い。また、磁性層は、面内型、垂直型のいずれの記録形式であっても良い。

【0049】保護層5は、膜厚10 nmの水素化カーボン(H : 30 at%) 膜である。保護層は、磁性層の耐食性、耐摩耗性の役割を果たす。保護層としては、上述した水素化カーボンの他に、カーボン、窒素化カーボン、水素窒素化カーボン、フッ素化カーボン、Cr、SiO<sub>2</sub>などが挙げられる。

【0050】潤滑層6は、膜厚1 nmのパーフルオロポリエーテルからなる液体潤滑膜である。潤滑層は、耐摩耗性の役割を果たす。潤滑層としては、上述したパーフルオロポリエーテルの他に、フルオロカーボン系の液体潤滑剤や、スルホン酸のアルカリ金属塩からなる潤滑剤を用いることができる。なお、保護層5が固体潤滑剤としての機能を有するものであれば、潤滑層6は省略することもできる。

【0051】次に、上述の実施例の磁気ディスクの製造方法、及び磁気ディスクに使用するガラス基板の製造方法について説明する。

#### 磁気ディスク用ガラス基板の製造工程

##### (1) 荒ざり工程

まず、ダウンドロー法で形成したシートガラスから、研

削砥石で直径6.6 mmφ、厚さ3 mmの円盤状に切り出したアルミノシリケートガラスから成るガラス基板を、比較的粗いダイヤモンド砥石で研削加工して、直径6.6 mmφ、厚さ1.5 mmに成形した。

【0052】この場合、ダウンドロー法の代わりに、プロート法で形成したシートガラスから、上述と同様に円盤状に切り出して加工したものや、溶融ガラスを上型、下型、胴型を用いてダイレクトプレスして、円盤状のガラス体を得ても良い。

【0053】なお、アルミノシリケートガラスとしては、SiO<sub>2</sub> : 63.5重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 14.2重量%、Na<sub>2</sub>O : 10.4重量%、Li<sub>2</sub>O : 5.4重量%、ZrO<sub>2</sub> : 6.0重量%、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 0.4重量%、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 0.1重量%の化学強化用ガラスを使用した。

【0054】次に、上記砥石よりも粒度の細かいダイヤモンド砥石で上記ガラス基板の両面を片面ずつ研削加工した。このときの荷重は100 kg程度とした。これにより、ガラス基板両主表面の表面粗さをR<sub>max</sub>で10 μm程度に仕上げた。

【0055】次に、円筒状の砥石を用いてガラス基板の中央部分に穴を開けるとともに、外周端面も研削して直径6.5 mmφとした後、外周端面及び内周面に所定の面取り加工を施した。このときのガラス基板の端面(側面及び面取り部)の表面粗さはR<sub>max</sub>で4 μm程度であった。

##### 【0056】(2) 端面鏡面加工工程

次に、ブラシ研磨により、ガラス基板を回転させながらガラス基板の端面部分(角張った部位、側面及び面取り部)の表面粗さをR<sub>max</sub>で1 μm、Raで0.3 μm程度に研磨した。この端面鏡面加工工程は、ガラス基板の搬送時や、洗浄工程等に発生するガラス基板端面からの発塵によりガラス基板主表面に付着することによる膜下欠陥を防止するために有効である。上記端面鏡面加工を終えたガラス基板の表面を水洗浄した。

##### 【0057】(3) 砂掛け(ラッピング工程)

次に、ガラス基板に砂掛け加工を施した。この砂掛け工程は、寸法精度及び形状精度の向上を目的としている。砂掛け工程は、ラッピング装置を用いて行い、砥粒粒度を#400、#1000と替えて2回行った。詳しくは、はじめに粒度#400のアルミナ砥粒を用い、荷重Lを100 kg程度に設定して、内転ギアと外転ギアを回転させることによって、キャリア内に収納したガラス基板の両主表面を面精度0~1 μm、表面粗さ(R<sub>max</sub>)6 μm程度にラッピングした。

【0058】次に、アルミナ砥粒の粒度を#1000に替えてラッピングを行い、表面粗さ(R<sub>max</sub>)を2 μm程度とした。上記砂掛け加工を終えたガラス基板を、中性洗剤、水の各洗浄槽に順次浸漬して洗浄した。

##### 【0059】(4) 第1研磨工程

次に、第1研磨工程を施した。この第1研磨工程は上述した砂掛け工程で残留した傷や歪みの除去を目的とするもので、研磨装置を用いて行った。詳しくは、ポリシャとして硬質ポリシャ（セリウムパッドLP66：ローデス社製）を用い、以下の研磨条件で第1研磨工程を実施した。

【0060】研磨液：酸化セリウム（平均粒径1.3μm）（遊離砥粒）+水

荷重：80~100g/cm<sup>2</sup>

研磨時間：30~50分

除去量：35~45μm

下定盤回転数：40 rpm

上定盤回転数：35 rpm

内ギア回転数：14 rpm

外ギア回転数：29 rpm

【0061】上記研磨工程を終えたガラス基板を、中性洗剤、純水、純水、IPA（イソプロピルアルコール）、IPA（蒸気乾燥）の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。なお、各洗浄槽には超音波を印加した。また、この洗浄工程は、次の第2研磨工程において使用する研磨液が同一のものである場合、省略することが可能である。また、第1研磨工程で使用する硬質ポリシャは、特に限定されず、目標とする表面粗さ、基板の端部形状等によって適宜選択することが可能である。

【0062】(5) 第2研磨工程（ファイナル研磨）

次に、第1研磨工程で使用した研磨装置を用い、ポリシャを硬質ポリシャから軟質ポリシャ（カネボウN7519）に替えて、第2研磨工程を実施した。研磨条件は、研磨液：酸化セリウム（平均粒径0.8μm）（遊離砥粒）+水、荷重：80~100g/cm<sup>2</sup>、研磨時間：9~15分、除去量：3~5μmとしたこと以外は、第1研磨工程と同様とした。この第2研磨工程によって得られたガラス基板の主表面における表面粗さをAFM（原子間力顕微鏡）で測定したところ、Ra=0.4nm、Rmax=9.3nmであった。ここで、第2研磨工程で使用する軟質ポリシャは特に限定されない。但し、後の表面処理工程を経て形成される突起を凸状のように形成するには、比較的硬度が小さいポリシャを使用することが好ましく、ポリシャの硬度（スカーチC）は60以下、さらに望ましくは55以下が望ましい。

【0063】(6) 加熱処理工程

上記第2研磨工程を終えたガラス基板を、濃度9.6重量%以上の硫酸（温度：100°C×5min）に浸漬させて加熱処理を施した。

(7) ケイフッ酸による表面処理工程（洗浄工程）

上記第2研磨工程を終えたガラス基板を、ケイフッ酸（濃度：0.35%、温度：45°C、浸漬時間：150sec）、ケイフッ酸（濃度：0.28%、温度：45°C、浸漬時間：200sec）の各処理（洗浄）槽に順次浸漬して、表面処理（洗浄）した。なお、各処理（洗

浄）槽に超音波を印加した。

【0064】上記表面処理工程を終えたガラス基板を、中性洗剤、純水、純水、IPA（イソプロピルアルコール）、IPA（蒸気乾燥）の各洗浄槽に順次浸漬して、洗浄した。なお、IPA（蒸気乾燥）の工程で使用するIPA蒸気乾燥槽以外の各洗浄槽には超音波を印加した。

【0065】(8) 化学強化工程

次に、上記研削、研磨、表面処理（洗浄）、洗浄工程を終えたガラス基板に化学強化を施した。化学強化には、硝酸カリウム（60%）と硝酸ナトリウム（40%）を混合した化学強化塩を用意し、この化学強化塩を400°Cに加熱し、300°Cに予熱された洗浄済みのガラス基板を約3時間浸漬して行った。この浸漬の際に、ガラス基板の表面全体が化学強化されるようするため、複数のガラス基板が端面で保持されるようにホルダーに収納した状態で行った。

【0066】このように、化学強化塩に浸漬処理することによって、ガラス基板表層のリチウムイオン、ナトリウムイオンは、化学強化塩中のナトリウムイオン、カリウムイオンにそれぞれ置換されガラス基板は強化される。ガラス基板の表層に形成された圧縮応力層の厚さは、約100~200μmであった。上記化学強化を終えたガラス基板を、20°Cの水槽に浸漬して急冷し、約10分間維持した。

【0067】(9) 洗浄工程

上記急冷を終えたガラス基板を、約40°Cに加熱した硫酸に浸漬し、超音波をかけながら洗浄をおこなった。このようにして得たガラス基板の表面を検査したことろ、異物は発見されなかった。

【0068】上記洗浄工程を終えたガラス基板の主表面の表面粗さをAFMで測定したところ、Ra=0.44nm、Rmax=4.43nm、Rp=2.75nm、Rmax/Ra=10.1、Rp/Ra=6.25、Rq=0.55nmであった。

【0069】なお、ファイナル研磨後のガラス基板主表面の表面状態と、上記洗浄工程後のガラス基板主表面の表面状態をAFMによって観察したところ、ファイナル研磨工程における遊離砥粒の軌跡の箇所に凸部が形成されていることが確認された。したがって、特に遊離砥粒によってガラス主表面に形成された残留応力分布のうち相対的に残留歪みが高い部分が凸部として形成されていると考えられる。

【0070】(10) 磁気ディスクの製造工程

上述した工程を経て得られた磁気ディスク用ガラス基板に対し、ガラス基板の加熱処理、シード層の成膜、下地層の成膜、磁性層の成膜、保護層の成膜の各工程を、インライン型スパッタリング装置を用いて連続的に行つた。

【0071】このインライン型スパッタリング装置は、

図示しないが、搬送方向に向って、基板加熱ヒーターが設置された第1のチャンバー、NiAlターゲット(Ni:50at%、Al:50at%)、CrMoターゲット(Cr:94at%、Mo:6at%)及びCoCrPtTaターゲット(Co:75at%、Cr:17at%、Pt:5at%、Ta:3at%)が順次設置された第2のチャンバー、並びにカーボンターゲットが設置された第3のチャンバーがそれぞれ設けられたものである。

【0072】そして、ガラス基板をロードロック室を通して第1のチャンバー内に導入すると、このガラス基板は所定の搬送装置によって上記各チャンバー内を次々と所定の一定速度で搬送され、その間に以下の条件等で成膜や処理がなされる。即ち、第1のチャンバー内では、ガラス基板を350°Cで2分間加熱する処理がなされる。第2のチャンバー内では、シード層2たる膜厚40nmのNiAl膜、下地層3たる膜厚25nmのCrMo膜、磁性層4たる膜厚27nmのCoCrPtTa膜が成膜される。第3のチャンバー内では、保護層5たる膜厚10nmの水素化カーボン膜が順次成膜される。

【0073】なお、上記の第2、第3チャンバー内のスパッタリング条件は、スパッタ圧力が第2のチャンバー内では2mTorr、第3のチャンバー内では3mTorrであり、第2のチャンバーのスパッタ雰囲気はアルゴンの不活性ガスとし、第3のチャンバーのスパッタ雰囲気は、アルゴンの不活性ガスに8%の水素が混合された混合ガスが使用される。また、各スパッタ電力は、第2のチャンバー内では2kW、第3のチャンバー内では3kWとした。

【0074】次に、保護層の形成までの工程を終えた基板を、上記インライン型スパッタリング装置から取り出し、その保護層の表面に、浸漬法によってパーフルオロポリエーテル液体潤滑剤を塗布し、膜厚1nmの潤滑層を形成してCSS方式の実施例1に係る磁気ディスクを得た。

【0075】この得られた磁気ディスクの電磁変換特性及びCSS耐久特性の評価結果を以下に示す。まず、この得られた磁気ディスクの磁気特性と記録再生特性を測定したところ、保磁力が2300Oe、S/N比が20dBという良好な結果が得られた。

【0076】なお、保磁力の測定は、製造した磁気ディスクから8mmφの試料を切り出して膜面方向に磁場を印加し、振動試料型磁力計により最大外部印加磁場10kOeで測定した。

【0077】また、記録再生特性(S/N比)の測定は次のようにして行った。即ち、得られた磁気ディスクを用いて、磁気ヘッド浮上量が0.055μmのMR(磁気抵抗効果型)ヘッドを用い、MRヘッドと磁気ディスクの相対速度を9.6m/sで線記録密度163kfc<sup>-1</sup>(1インチあたり163,000ビットの線記録密

度)における記録再生出力を測定した。また、キャリア周波数23MHzで、測定帯域を26MHzとしてスペクトルアナライザーにより、信号記録再生時の媒体ノイズを測定し、S/N比を算出した。本測定に用いたMRヘッドは、書き込み/読み取り側にそれぞれトラック幅3.1/2.4μm、磁気ヘッドギャップ長0.35/0.28μmである。

【0078】また、常温常湿雰囲気下で、磁気ディスクの回転速度4000rpm、荷重3gの30%ヘッドスライダーを用いた10万回のCSS耐久試験においても、磁気ディスクと磁気ヘッドとの間で吸着現象は起こらず、またヘッドクラッシュも発生することなく、高いCSS耐久特性を有する磁気ディスクが得られた。

【0079】また、磁気ディスクと磁気ヘッドの静止摩擦係数を歪みゲージによって測定したところ、0.6であった。次にAEセンサーを用いたグライド高さテストを行なったところ、ヘッド浮上量1.0μインチまではヘッド-媒体間に接触が発生しない事が確認できた。即ちこのディスクのグライド高さは1.0μインチであった。

【0080】(実施例2~3) 上述の加熱処理工程における溶媒を、温水(90°C×3min)(実施例2)、加熱されたグリセリン(90°C×3min)(実施例3)にした以外は、実施例1と同様に磁気記録媒体用ガラス基板を作製した。得られた磁気記録媒体用ガラス基板の表面粗さをAFMで測定したところ、Ra=0.35nm、Rmax=4.72nm、Rp=3.10nm、Rmax/Ra=13.5、Rp/Ra=8.86、Rq=0.52nm(実施例2)、Ra=0.39nm、Rmax=5.22nm、Rp=3.75nm、Rmax/Ra=13.4、Rp/Ra=9.62、Rq=0.55nm(実施例3)であった。また、実施例1と同様にCSS方式の磁気記録媒体を作製して、CSS耐久試験、グライド試験、摩擦係数の測定を行ったが、良好な結果が得られた。

【0081】(比較例1) 次に、加熱処理工程を行わなかったほかは、実施例1と同様にCSS方式の磁気記録媒体用ガラス基板を作製した。得られた磁気記録媒体用ガラス基板の表面粗さをAFMで測定したところ、Ra=1.00nm、Rmax=6.73nm、Rp=4.2nm、Rmax/Ra=6.73、Rp/Ra=4.2、Rq=1.18nmとなり、上述の実施例と比較して表面粗さが粗くなつたとともに、突起密度も増加している。なお、実施例1と同様に、磁気記録媒体を作製して、CSS耐久試験、グライド試験、摩擦係数の測定を行った結果、実施例1と比較してグライド高さが1.2μインチと高くなつた。

【0082】(実施例4~7、比較例2~3) 次に、加熱処理における加熱条件(温度)を、30°C(実施例4)、60°C(実施例5)、120°C(実施例6)、1

80°C (実施例7)、28°C (比較例2)、190°C (比較例3)に変え、処理時間を適宜調整したほかは実施例1 (硫酸)と同様に磁気記録媒体用ガラス基板及びCSS方式の磁気記録媒体を作製した。その結果、28°C (比較例2)の場合、加熱処理の効果が少なく、上述の比較例1と同様な突起が形成され、磁気ヘッドの低浮上化が達成されないので好ましくなく、190°C (比較例3)の場合、長時間の加熱処理に耐える溶媒が少なく使用できる溶媒が限られてくるとともに、処理を行うためには大掛かりな設備が必要となり、さらに作業性も悪いので好ましくない。即ち、上述の結果から、加熱処理における加熱温度は、30~180°Cが好ましいことがわかる。

【0083】(実施例8、比較例4~5) 次に、ガラス基板をアルミノシリケートガラス (実施例8)、石英ガラス (比較例4)、ソーダライムガラス (比較例5) に替え、これらのガラス基板表面を所定の表面粗さにするために研磨条件、ケイフッ酸による表面処理条件を適宜変化させたほかは、実施例1と同様にして磁気ディスクを作製した。なお、上述の実施例8に使用したアルミノシリケートガラスの組成は、SiO<sub>2</sub> : 64.0重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 16.0重量%、Na<sub>2</sub>O : 9.0重量%、Li<sub>2</sub>O : 7.0重量%、ZrO<sub>2</sub> : 4.0重量%、上述の比較例5に使用したソーダライムガラスの組成は、SiO<sub>2</sub> : 72.5重量%、Na<sub>2</sub>O : 15.0重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 1.0重量%、CaO : 9.0重量%、MgO : 2.5重量%のガラスを使用した。

【0084】その結果、実施例8では、表面粗さがRa = 0.49nm、Rmax = 5.68nm、Rp = 3.23nm、Rmax/Ra = 11.6、Rp/Ra = 6.59、Rq = 0.52nmとなり、摩擦係数が1.9でCSS耐久性も良好であったが、比較例4と5の表面粗さは、前記実施例とは大きく異なる形状となり、静止摩擦係数も3以上となりCSS耐久特性においても良好な結果が得られなかった。このように、ガラスの硝種によって突起のでき方が違う理由について、上記実施例と、比較例4、5との結果から考察すると、ガラス基板表面を遊離砥粒による研磨工程では、水に含まれるH<sup>+</sup>と、ガラスに含まれるアルカリイオン (Na<sup>+</sup>、Li<sup>+</sup>) の交換反応が起きていると考えられるが、その交換反応によってガラスのネットワークを形成しているSiやAlにOHがついたようなエッチングされやすい水和層が形成される。その水和層は、遊離砥粒によって加わる応力分布に応じて水和層の厚さの分布 (応力の大きい部分はエッチング速度が小さくなり、応力の小さい部分はエッチング速度が大きい) が形成され、エッチング速度の違いによって凹凸が形成されると考えられる。この水和層の形成されやすさが凹凸 (突起) の形成に関係し、これはガラスの硝種の違いによるものと考えられる。

【0085】したがって、本発明の製造方法に使用するガラスとしては、SiO<sub>2</sub> : 58~75重量%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 5~23重量%、Li<sub>2</sub>O : 3~10重量%、Na<sub>2</sub>O : 4~13重量%を主成分として含む材料からなるものであればよく、さらには、アルカリ土類金属を含まないガラスであることが望ましいことがわかった。特に、上述したような研磨条件、ケイフッ酸による表面処理条件においては、発明7で規定されるようなアルミノシリケートガラスであることが好ましい。

【0086】(実施例9) 上述の加熱処理における加熱条件を90°C、6minにした他は実施例1 (硫酸) と同様に、ランプロード方式用磁気記録媒体用ガラス基板、及びランプロード方式の磁気記録媒体を作製した。得られた磁気記録媒体用ガラス基板の表面粗さをAFMで測定したところ、Ra = 0.65nm、Rmax = 6.02nm、Rp = 2.83nm、Rmax/Ra = 9.26、Rp/Ra = 4.35、Rq = 0.76nmであった。また、グライド試験においても良好な結果が得られた。

【0087】(実施例10~11) 上述の加熱処理における加熱条件を90°C、10min (実施例10)、80°C、5min (実施例11) にした他は実施例1 (硫酸) と同様に、ランプロード方式用磁気記録媒体用ガラス基板、及びランプロード方式の磁気記録媒体を作製した。得られた磁気記録媒体用ガラス基板の表面粗さをAFMで測定したところ、Ra = 0.54nm、Rmax = 4.31nm、Rp = 2.53nm、Rmax/Ra = 7.98、Rp/Ra = 4.69、Rq = 0.65nm (実施例10)、Ra = 0.85nm、Rmax = 6.43nm、Rp = 3.21nm、Rmax/Ra = 7.56、Rp/Ra = 3.78、Rq = 1.17nm (実施例11) であった。また、グライド試験においても良好な結果が得られた。

【0088】(実施例12) 次に、加熱処理に使用する溶媒を硫酸からリン酸 (大智化学産業社製: シュレック #205 (1-ハイドロキシエタン-1,1-二磷酸: 1-hydroxy-ethane-1,1-diphosphoric acid) 0.3%、40°C、90秒にした他は実施例1と同様に、ランプロード方式用磁気記録媒体用ガラス基板、及びランプロード方式の磁気記録媒体を作製した。得られた磁気記録媒体用ガラス基板の表面粗さをAFMで測定したところ、Ra = 0.79nm、Rmax = 6.43nm、Rp = 4.12nm、Rmax/Ra = 8.14、Rp/Ra = 5.22、Rq = 0.97nmであった。また、グライド試験においても良好な結果が得られた。

【0089】以上のように、ランプロード方式の実施例9~12を見てもわかるように、加熱処理の条件を適宜選択することにより、CSS方式の実施例1~8と比べて、突起高さのばらつきが低減している (Rmax/Raの値、Rp/Raの値が小さくなっている) ことがわ

かる。

【0090】以上、好ましい実施例を挙げて本発明を説明したが、本発明は必ずしも上記実施例に限定されるものではない。例えば、上記実施例におけるケイフッ酸による表面処理を2段階に分けて行ったが、1回の表面処理工程でもよく、また3回以上の表面処理工程に分けて行っても良い。また、ケイフッ酸の代わりに、フッ酸を含む水溶液によるエッチング処理や、ガラス基板をフッ酸蒸気に曝すエッチング処理なども上述と同様の効果を得られた。

【0091】また、ガラス基板は化学強化用ガラスを用い、化学強化工程をケイフッ酸による表面処理後に行つたが、化学強化処理後にケイフッ酸による表面処理を行っても良い。その場合、ガラス基板を遊離砥粒による研磨をし、ガラス基板表面を化学強化した直後に、上述のケイフッ酸による表面処理を行う場合、化学強化することによって、ガラス基板表面に遊離砥粒によって形成された残留歪みが化学強化の応力に埋もれてしまうので、表面粗さを制御できなくなるので好ましくないが、化学強化工程→遊離砥粒による研磨処理→ケイフッ酸による表面処理のように、化学強化処理工程とケイフッ酸による表面処理工程との間（ケイフッ酸による表面処理の直後）に遊離砥粒による研磨処理工程を入れることによって、上述と同様の結果が得られる。

【0092】なお、本発明によって作製されるディスクはCSS方式に限らず、ロード・アンロード方式（ランプロード方式）においても使用することができ、特にロード・アンロード方式（ランプロード方式）においても好適に使用することができる。

【0093】

**【発明の効果】**以上説明したように本発明によれば、加熱処理を行わない場合に比べ、突起の高さを低減するとともに、突起の密度、突起高さのばらつき、突起のばらつきを低減できる。したがって、1.2μインチ以下のグライド高さを実現でき、高い電磁変換特性を実現できる。さらに、本発明では、この突起高さ・突起密度を制御することによって、突起高さ・突起密度が所定の範囲内にあるロード・アンロード方式（ディスクが回転していない時はヘッドがディスク外に退避している方式）に適した磁気記録媒体、あるいは、充分な電磁変換特性と、磁気ヘッドの吸着防止効果を同時に満足し、CSS耐久性に優れたCSS方式に適した磁気記録媒体、及びそれらに用いる磁気記録媒体用ガラス基板を安定して製造することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態に係る磁気ディスク用ガラス基板における突起の様子を模式的に示す断面図である。

【図2】従来の処理に係る磁気ディスク用ガラス基板における突起の様子を模式的に示す断面図である。

【図3】本発明の一実施の形態に係る磁気ディスクを模式的に示す図である。

#### 【符号の説明】

- |   |        |
|---|--------|
| 1 | ガラス基板1 |
| 2 | シード層   |
| 3 | 下地層    |
| 4 | 磁性層    |
| 5 | 保護層    |
| 6 | 潤滑層    |

【図1】

【図2】

【図3】

